

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

⑨日本国特許庁
公開特許公報

⑩Int. Cl.²
C 08 L 69/00
C 08 K 5/42

識別記号
CAB

⑪日本分類
25(1) D 34
25(1) A 231.42

厅内整理番号
7144-48
7144-48

⑫特許出願公開
昭53-64262

⑬公開 昭和53年(1978)6月8日
発明の数 1
審査請求 未請求

(全3頁)

⑭ポリカーボネート樹脂の安定化方法

⑮特 願 昭51-139163
⑯出 願 昭51(1976)11月19日
⑰發明者 山名広亮
名古屋市千種区東山元町4-15
-8
同 菅野順一郎

⑱發明者
同
四日市市石塚町7-40
因井忠
四日市市笹川9丁目7
杉村佳宥
四日市市笹川8丁目45
三菱瓦斯化学株式会社
東京都千代田区丸の内二丁目5
番2号

⑲出願人
四日市市石塚町7-40
同
四日市市笹川9丁目7
杉村佳宥
四日市市笹川8丁目45
三菱瓦斯化学株式会社
東京都千代田区丸の内二丁目5
番2号

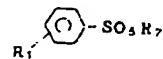
明細書

1. 発明の名称

ポリカーボネート樹脂の安定化方法

2. 特許請求の範囲

ポリカーボネート樹脂に一般式



（式中、R₁は炭素数0～12のアルキル基、R₂は炭素数1～6のアルキル基をそれぞれ示す）で示される芳香族スルホン酸エステルを添加することを特徴とするポリカーボネート樹脂の安定化方法に関する発明である。

3. 発明の詳細な説明

本発明はポリカーボネート樹脂の安定化方法に関する発明である。更に詳しくはポリカーボネート樹脂に一般式



R₁は炭素数0～12のアルキル基を、R₂は

炭素数1～6のアルキル基をそれぞれ示す）で示される芳香族スルホン酸エステルを添加することを特徴とするポリカーボネート樹脂の安定化方法に関する発明である。

ビスフェノールAタイプのポリカーボネートは工業的にはビスフェノールAとジフェニルカーボネートとのエステル交換反応（縮合法）、ビリジンまたは塩化メチルの存在下ビスフェノールAとホスゲンとを反応させるビリジン法またはカセイソーダ水溶液、塩化メタレンの存在下でビスフェノールAとホスゲンとを反応させるホスゲン法（溶剤法）等により製造される。これらの製造法のなかでエステル交換反応（縮合法）の場合にはビスフェノールAとジフェニルカーボネートとを塩基性触媒を用いて不活性ガス中で液相下で200～300℃の温度でフェノールを留出除去しながら反応を行なわせる方法が一般的に行なわれている。ポリカーボネート樹脂はエンジニアリングプラスチックスとして特にすぐれた性質を有するので種々の用途

特開昭53-64262(2)

本発明者は本触媒反応により製造したポリカーボネートを成形する際の成形品の物性低下を防ぐ方法について検査研究を行なつた結果、本発明を完成するに至つた。

本発明において一般式で示される芳香族スルホン酸エスチルとしては例えばカルボン酸メチル、ベンゼンスルホン酸メチル、ロートルエンスルホン酸エスチルまたはドデシルベンゼンスルホン酸メチル等であるが、しかしこれらの例示された化合物に限がされるものではない。

本発明における芳香族スルホン酸エスチルのなかで特に好ましい化合物はロートルエンスルホン酸メチルまたはロートルエンスルホン酸エチル等である。

本発明方法においてポリカーボネート樹脂に添加する芳香族スルホン酸エスチルの量はポリカーボネート樹脂に対して一般的には0.0.0.1

～0.0.5質量%であり、より好ましい量は上記0.005(分子量)
～0.0.2質量%である。また最も好ましい量は上記0.

利用されている。しかし高湿において成形する場合には次の様な欠点を有する。即ち水分を含んだポリカーボネート樹脂を例えば300℃近くの温度で成形した場合にはポリカーボネート樹脂のか水分解または熱分解が起こり、ポリカーボネート樹脂の性能低下をおこす場合がある。従つてポリカーボネート樹脂に含まれる水分の量をり0.3%以下まで例えば乾燥法によつて除く方法が一般的にとられている。

この様なポリカーボネート樹脂を乾燥して強力、水分が少ない状態にしたポリカーボネート樹脂を熱成形した場合でも、触媒反応により製造したポリカーボネート樹脂の場合には熱成形により数%の分子量低下をおこし結果的には成形品の物性をそこなわせる欠点がある。

従来、ポリカーボネート樹脂の安定剤としてはリン化合物特にホスファイト系の化合物が多く用いられて来たが、これらの化合物はポリカーボネートの着色防止には効果があつたが、分子量の低下を防止する効果はなかつた。

は0.0.1質量%前後である。

本発明方法において芳香族スルホン酸エスチルをポリカーボネート樹脂に添加するには例えばポリカーボネート樹脂を製造した直後に添加するか、またはポリカーボネート樹脂をペレグリートにした後で添加する等添加時期は適宜選ぶことが出来るが、普通ポリカーボネートに添加した後乾燥を行なうのが一般的である。

本発明方法により安定化されたポリカーボネート樹脂は外観、物性ともに優れたものであり、一般的に使用されている各種の触媒、染料または界面活性剤を添加しても本発明方法の効果が阻害されることはない。

なお本発明方法の効果の説明において分子量低減とは加熱処理前後または成形前後の分子量の比を意味する。

以下実施例により本発明を更に詳しく説明する。

実施例 1

ビスフェノールA 45.6gとジフェニルカルボネート 47.0gとの混合物に触媒としてビスフェノールAのナトリウム塩 0.0.0.2gを添加し、窒素気流下で加熱攪拌して溶解した。内圧1.00℃でエステル化が始まった。圧力：0.0mmHgで大部分のフェノールを除去した。その後1時間で圧力：0mmHg、内圧2.50℃にて加熱した。この状態を30分放置したのち27.0℃、1mmHgにて調節して1時間放置した。さらに温度を28.0℃にあげ圧力を0.2mmHgにして下げて1時間反応を行なつた。

この様にして得られたポリカーボネート樹脂の分子量を測定した結果24,000であった。得られたポリカーボネート樹脂にロートルエンスルホン酸メチル 0.0.1質量%を添加し、120℃で乾燥して含水量0.2質量%のポリカーボネート樹脂を得た。次にこのポリカーボネート樹脂をアンプル中に真空中封管し、310℃で1時間加熱したのち、分子量を測定した結果24,000であった。

特開昭53-64262(3)

ゲ2.5%であった。このものの分子量保持率を求めた結果94%であった。また芳香族スルホン酸エスチルを加えたカリカーボネート樹脂を成形後で28%での溶融で成形して試験片を作た。このものの分子量を測定した結果2.5%であった。成形後の分子量保持率を求めると97%であった。

実施例2～7、比較例1～4

実施例1の方法と同様にして得られたポリカーボネート樹脂に種々の芳香族スルホン酸エスチルを加え、実施例1と同じ様な試験を行なつた。それらの結果を表1に示した。

また比較例として無添加、p-トルエンスルホン酸、p-トルエンスルホン酸フェニルを添加した場合の結果を示した。

表 1

化 合 物 名	固形分 (%)	水 分 (%)	加熱処理後の分子量		成形後の分子 量	成形後の分子 量保持率 (%)	
			の分子量	持率(%)			
実施例 1 p-トルエンスルホン酸メチル	0.01	0.02	22500	94	23300	97	
2	"	0.01	0.20	17100	71	22100	92
3	"	0.005	0.22	14700	70	21500	90
4	"	0.05	0.21	14500	69	21000	88
5 ベンゼンスルホン酸メチル	0.01	0.22	12300	72	21600	90	
6 p-トルエンスルホン酸エチル	0.01	0.21	14800	70	21800	91	
7 ドデシルベンゼンスルホン酸メチル	0.02	0.22	14900	70	21400	89	
比較例 1 黒 漆 加	-	0.23	10000	46	17200	72	
2 p-トルエンスルホン酸	0.01	0.02	21000	87	-	-	
3 "	0.01	0.22	13200	55	17800	74	
4 p-トルエンスルホン酸フェニル	0.01	0.22	11500	48	17500	73	

特許出願人 三菱瓦斯化学株式会社

代表者 相川 勝一